

(266) 鋼試料自動電解溶解法の開発 (鉄鋼化学分析の自動化の研究-第11報)

新日本製鐵株 基礎研究所 ○小野昭紘、工博 山口直治、
松本龍太郎

I 緒言

鋼試料の溶解は鉄鋼化学分析法において共通かつ重要な単位操作である。酸溶解法を基本とする自動溶解方法についてはすでに報告¹⁾したが、この方法では通常の鋼試料を迅速に溶解できる反面、酸に難溶性の鋼試料の溶解に時間を要する欠点があった。今回は難溶性鋼試料を対象に、その全量を確実に溶解する目的で電解法および酸溶解法の併用を基本とする自動溶解方法および装置について検討した。

II 開発装置

開発した装置を写真1に示した。本装置は電解溶解セル部(写真1のA)，試薬定量添加部(B)，電解電源部(直流C，交流D)，試料溶液捕集部(E)および自動制御部(F)から構成される。電解溶解セル部は本装置の主要部であり、ガラス製上部セル、下部セルおよびグラッシィカーボン製陰極リング、下部に磁石を設定した陽極ディスクを主体に構成される小型円筒形状(約150mL)のセルである。本装置は切削鋼試料をセル中に投入後はすべての溶解諸操作が自動的に実施され、一定量の試料溶液を得ることができる。

III 溶解方法および適用結果

セル中に投入した切削鋼試料を電解液(塩酸35%)40mLを用い、直流20Vで電解する。両極からガスが激しく発生し、溶液温度も急激に上昇し、溶液は沸騰状態を呈して上下方向に激しく攪拌される。普通鋼等の常磁性試料は陽極ディスク上に磁着し、試料自体が電極となって試料表面より塩素ガス等を発生する。ステンレス鋼等の反磁性試料は一部は陽極ディスク上に他は溶液中を激しく移動する。

以上のような現象を呈しながら鋼試料は溶解され、溶解所要時間は1~約15分間であった。この試料の溶解は(1)電解による溶解、(2)酸による溶解、(3)発生期塩素が関与する溶解、(4)電解反応による発熱、(5)電解発生気体による攪拌等の溶解作用に基づくものと考えられる。交流電解よりも直流電解による方が短時間で溶解され、電解電圧は20Vが適当であった(図1)。本法を従来の手操作酸溶解法と比較した結果、いずれの鋼種においてもより短時間で溶解できた(図2)。また、塩酸電解液に過酸化水素水あるいは硝酸を併用した場合はさらに短時間の溶解が可能であった。

1) 小野、田口、松本：分析化学、23, 52(1974)。

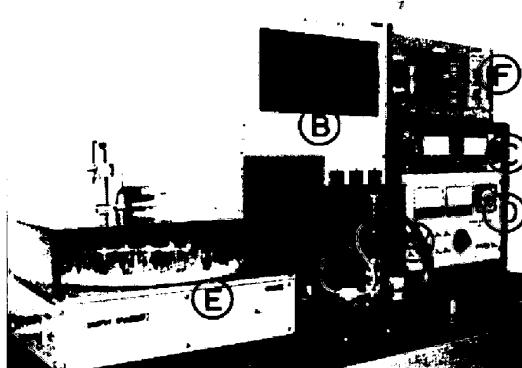


写真1

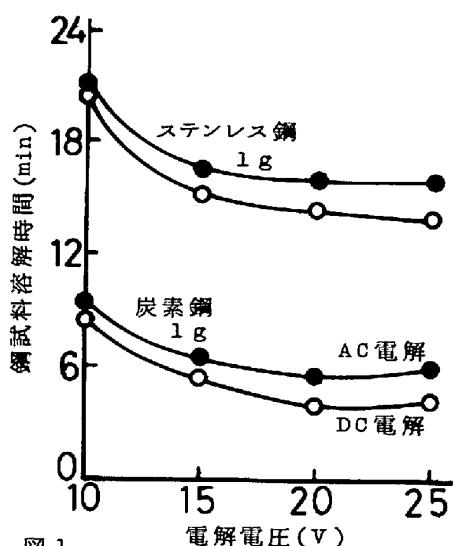


図1

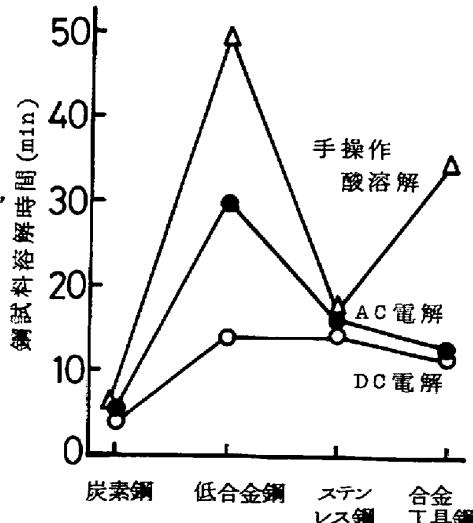


図2